

MENU**SEARCH****INDEX****DETAIL****JAPANESE****LEGAL
STATUS**

1 / 1

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-131215

(43)Date of publication of application : 18.05.1999

(51)Int.Cl.

C23C 14/06
B23B 27/14

(21)Application number : 09-312816

(71)Applicant : HITACHI TOOL ENG LTD
BALZERS AG

(22)Date of filing : 29.10.1997

(72)Inventor : BRAENDLE HANS DR
SHIMA NOBUHIKO**(54) COATED HARD TOOL****(57)Abstract:**

PROBLEM TO BE SOLVED: To improve the adhesion of hard coating by specifying the ratio of the diffraction intensity between the (200) plane and the (111) plane in the X-ray diffraction of compd. coating of TiAl and third components, composing the third components of Si or the like and interposing a metallic alloy layer with a specified thickness composed of Ti, TiAl or TiAl and third components between the substrate hard alloy and the coating film.

SOLUTION: In the case, as the third components, one or more kinds among Si, Zr, Hf, Y, Nb, Nd and Cr are added, the oxidation-resistance of the coating film is improved. When the diffraction intensities of the (200) plane and the (111) plane are respectively defined as I (200) and I (111), the ratio of I (200)/I (111) is regulated to ≥ 1 . In the case of < 1 , the peeling of the coating film is induced in cutting with an insert made of cemented carbide relatively high in cutting stress or the like. The thickness of the metallic layer to be interposed between the substrate and the coating film is regulated to 2 to 1000 nm. In the case of \leq the lower limit, it has no effect on the improvement of its adhesion, and in the case of $>$ the upper limit, slippage is generated in the metallic layer, and the coating film is made easy to peel.

* NOTICES *

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1]In a coated hard tool which covered to a multilayer a monolayer of a nitride in which an atomic ratio of Ti/aluminum consists of Ti, aluminum, and the third component of 95/5 to 25/75, carbon nitride, a charcoal nitric oxide, *****, and **** boride, or two sorts or more, Diffraction intensity of a field in an X diffraction (200) of this TiAl and a compound coat of the third component I (200), (111) When diffraction intensity of a field is set to I (111), a ratio of I (200)/I (111) is one or more, The third component is one sort of Si, Zr, Hf, Y, Nb, Nd, and Cr, or two sorts or more, And a coated hard tool making a metal alloy layer which consists of Ti, TiAl or TiAl which has a thickness of 2 to 1000 nm, and the third component intervene between a substrate hard alloy, this TiAl, and a compound coat of the third component.

[Claim 2]A coated hard tool characterized by a base being the insertion made from cemented carbide in the coated hard tool according to claim 1.

[Claim 3]A coated hard tool characterized by a base being a high-speed steel end mill or a drill in the coated hard tool according to claim 1.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention]The invention in this application relates to the covering hard metal which has the abrasion resistance which was excellent in the adhesion of a coat and was excellent as a result.

[0002]

[Description of the Prior Art]Although coats, such as TiN and TiCN, were general-purpose and common conventionally, the research which makes Ti contain aluminum and raises abrasion resistance and oxidation resistance is made, and various examples which accept the addition effect of aluminum also exist in JP,8-267306,A in recent years. However, when these examples added aluminum to a coat, the improvement of the coat itself, such as the oxidation resistance of a coat and abrasion resistance, was only made. As a method of improving the adhesion of a TiAlN coat, using a TiN coat for a ground is also proposed so that the item gazette may see, but the actual condition is not having come to acquire sufficient adhesion.

[0003]

[Problem(s) to be Solved by the Invention]These days, the tendency which makes cutting highly efficient is strong, and cutting speed and cutting feed tend to increase. In such a case, as a factor which governs a tool life, it becomes what has the adhesion of a coat very more important than the abrasion resistance of a coat, and oxidation resistance. Generally the coat which added said aluminum has high residual compressive stress, and as a result, the adhesion of a coat is not satisfied enough, and it has resulted in a coat often exfoliating and spoiling the life of a tool, and reliability in such highly efficient cutting. Although it is necessary to make the oxidation resistance of a coat improve further in high speed cutting furthermore, still sufficient effect is not accepted. Therefore, also in such high efficiency cutting, it is long lasting, and in order to realize stable cutting, it is necessary to improve the adhesion of a coat further. On the other hand, in order to raise adhesion, the research which reduces the residual compressive stress of the coat which is the primary cause which degrades adhesion itself is also made, but the actual condition is not having come to see still sufficient effect.

[0004]

[Means for Solving the Problem]By making a coat of soft metal intervene under hard anodic oxidation coatings which have high compression stress which contains TiAl which added the third component to oxidation-resistant

improvement as a result of repeating research wholeheartedly that this invention persons should improve the adhesion of a coat, Absorption relaxation is carried out and compression stress with high hard anodic oxidation coatings containing aluminum came to acquire knowledge which can improve the adhesion of result hard anodic oxidation coatings remarkably.

[0005]When high compression stress exists in a coat, it is a factor in which high shearing stress resulting from this compression stress acts on an interface of a coat and a substrate hard alloy, and this shearing stress spoils the adhesion of a coat, and suggests bringing a result where easing or removing this raises the adhesion of a coat. That is, it is thought by making a comparatively soft layer intervene between a coat and a substrate hard alloy which have high compression stress that this comparatively soft coat absorbed shearing stress which originates in high compression stress and is generated in an interface, and eased. As mentioned above, there is also an example between which a nitride of Ti, etc. are made to be placed, but it is more effective to relaxation of stress than to a case where a metal layer of Ti is used. A metal layer is considered that absorbed energy demonstrates an effect target more to stress relaxation of a coat that it is easy to move a rearrangement since Young's modulus is low high again. Demonstrating an effect in which a direction which, on the other hand, used a nitride etc. of Ti which made aluminum contain was more excellent to improvement in adhesion is accepted. If few oxidizing zones certainly formed exist when this is placed into the air on the surface of a substrate hard alloy, the adhesion of a coat will deteriorate remarkably, but. When a little aluminum exists in a coat formed as a ground, a result which a thermite reaction which returns this oxidizing zone occurs, removes an oxidizing zone, and improves the adhesion of a coat remarkably is brought about at the time of a coating start. This is a ***** thing at a principle which oxygen of an oxidizing zone of a base surface and ion of aluminum react, and an oxide of aluminum forms an oxide in a coat since the free energy of formation is very easy to be formed low, and removes an oxidizing zone of a base surface.

[0006]Residual compressive stress of the coat itself depends on coating conditions strongly. Generally, in coating under conditions that energy of ion is low, residual compressive stress of a coat brings a low result, and residual compressive stress of a coat becomes high in coating under conditions that

energy of ion is high on the contrary. Bias voltage and a degree of vacuum which are mainly given to a base determine energy of ion. When remaining stress of a coat is low, in an X diffraction, it is tended according to this invention persons' research, to carry out orientation of the coat to (200). a ratio of Ti to aluminum -- things -- residual compressive stress will become low 30% from 10 more% by making a compound of TiAl into a multilayer. To highly-efficient-izing of cutting, in a similar manner, in end mill cutting steel [high-speed] and drill cutting, exfoliation of a coat was controlled and the above result became realizable [stable cutting] in heavy interrupted cutting of an insertion made from cemented carbide with a comparatively large feed per revolution per one edge, and high cutting stress.

[0007]As a result of trying addition of the various third components to an oxidation-resistant improvement, in Si, Hf, Y, Zr, Cr, Nb, and Nd, it became clear to carry out a segregation to the grain boundary of a coat of TiAlN, and to control diffusion of oxygen in a grain boundary, and these third components brought a result whose oxidation resistance of a coat improves remarkably.

[0008]Next, a reason which limited a numerical value is explained. In a hard layer, if content of aluminum turns around 5% in the bottom, the addition effect of aluminum will not be accepted and abrasion resistance and oxidation resistance of a coat will not improve, Since it would result in ***** falling to the characteristic as AlN and spoiling the abrasion resistance of a coat if it is made to contain exceeding 75%, a Ti/aluminum ratio was set to 95/5 to 25/75. Residual compressive stress was set to 3 or more GPa, and may induce exfoliation of a coat in cutting by insertion made from cemented carbide with comparatively high cutting stress, or cutting with end mills steel [high-speed], and a ratio of I (200)/I (111) made a case of one or less one or less. There was no effect that it was 2 nm or less in an improvement of the adhesion of stress relaxation, i.e., a coat, and when 1000 nm was exceeded, a slide occurred within a metal layer, and since it brought a result in which a coat exfoliates easily, thickness of this metal layer made to intervene was 2 to 1000 nm.

[0009]

[Example]Hereafter, this invention is explained based on an example. In the conditions shown in Table 1 using a small arc ion plating system using end mills steel [high-speed], Coating of the example of this invention

manufactured the examples 1-8 of this invention using the metal target (in addition to Ti and aluminum, the metallic element used the target which added and manufactured the element of Si, Hf, Y, Nb, Nd, and Zr.) of three element systems. The comparative examples 9-12 coated using the target of Ti or TiAl, and manufactured covering high-speed steel end mills. In coating of an alloy metal layer, introduction of nitrogen gas was stopped and was performed.

[0010]

[Table 1]

試料 番号		コーティング条件 バイアス 真空度 電圧(V) mbar		皮膜 第 1 層 金属層	皮膜 第 2 層 硬質層	I(200) / I(111)	折損時の 切削長 (m)
本 発 明 例	1	70	1×10^{-2}	Ti 3nm	$\text{Ti}_{0.5}\text{Al}_{0.4}\text{Si}_{0.1}\text{N}$	4.6	55.6
	2	↑	↑	Ti 100nm	$\text{Ti}_{0.5}\text{Al}_{0.4}\text{Hf}_{0.1}\text{N}$	5.8	65.6
	3	↑	↑	Ti 850nm	$\text{Ti}_{0.5}\text{Al}_{0.4}\text{Y}_{0.1}\text{N}$	8.9	55.9
	4	↑	↑	$\text{Ti}_{0.5}\text{Al}_{0.4}\text{Nb}_{0.1}$ 100nm	$\text{Ti}_{0.5}\text{Al}_{0.4}\text{Nb}_{0.1}\text{N}$	11.5	59.8
	5	↑	↑	$\text{Ti}_{0.5}\text{Al}_{0.4}\text{Nd}_{0.1}$ 100nm	$\text{Ti}_{0.5}\text{Al}_{0.4}\text{Nd}_{0.1}\text{N}$ $\text{Ti}_{0.5}\text{Al}_{0.4}\text{Nd}_{0.1}\text{N}$ の交互 15 層	2.4 13.2	60.3
	6	↑	↑	$\text{Ti}_{0.7}\text{Al}_{0.2}\text{Zr}_{0.1}$ 100nm	$\text{Ti}_{0.7}\text{Al}_{0.2}\text{Zr}_{0.1}\text{N}$ $\text{Ti}_{0.5}\text{Al}_{0.4}\text{Zr}_{0.1}\text{N}$ の交互 30 層	3.8 12.2	62.5
	7	↑	↑	$\text{Ti}_{0.7}\text{Al}_{0.1}\text{Nb}_{0.2}$ 500nm	$\text{Ti}_{0.7}\text{Al}_{0.1}\text{Nb}_{0.2}\text{N}$	7.3	62.8
	8	↑	↑	$\text{Ti}_{0.4}\text{Al}_{0.4}\text{Nb}_{0.2}\text{N}$ 100nm	$\text{Ti}_{0.4}\text{Al}_{0.4}\text{Nb}_{0.2}\text{N}$	8.1	58.2
比 較 例	9	300	↑	free	$\text{Ti}_{0.5}\text{Al}_{0.5}\text{N}$	0.9	18.8
	10	↑	↑	free	$\text{Ti}_{0.5}\text{Al}_{0.5}\text{N}$	0.2	5.5
	11	↑	↑	TiN 0.1μ	↑	0.5	4.4
	12	↑	↑	TiN 1.0μ	$\text{Ti}_{0.5}\text{Al}_{0.5}\text{N}$	0.7	15.3

[0011] It cut until it did the cutting test and broke in the following cutting condition with the obtained end mill. The length of cut at the time of breakage occurring also writes together to Table 1.

End mill φ16mm 4 sheet edge work material SUS304 cutting speed 40

m/min delivery 0.12 mm / edge slitting 16mm x 4mm cutting oil
 Nothing[0012]From Table 1 so that clearly in the examples 1-8 of this invention. Since the coat had stuck well in order to make the metal layer or the alloy metal layer intervene, there was little exfoliation of a coat also in cutting of stainless steel, since [that it is long] distance cutting was able to be carried out and orientation of the coat was carried out to (200), abrasion resistance also came out enough and stable cutting has been realized. Since oxidation resistance was raised and it closed by adding the third element, the damage by the boundary part produced when especially stainless steel is cut can be reduced more. Although it had broken about cutting distance 4-10m according to the comparative example, all produced small CHIPPINKU from exfoliation, became large gradually, and resulted in breakage.

[0013]Next, coating of the examples 13-20 of this invention and the comparative examples 21-24 was performed to the insertion made from cemented carbide equivalent to JIS P40 on the KOTEYUNGU conditions shown in Table 2, fraise cutting was performed in the following cutting conditions, and it asked for the length of cut until a coat exfoliates. In an exam, shortly after exfoliation occurs in a coat, the insertion made from cemented carbide results in a deficit. The thickness of the coat was unified into 3.0 micrometers. The length of cut until it reaches Table 2 at exfoliation generating (deficit) was written together.

Insertion 40 about JIS P SEE42 work material SKD61 HRC42 cutting speed 160 m/min delivery 0.1 mm / edge slitting 2-mm cutting method Dry type (Dry)

[0014]

[Table 2]

試料 番号		コーティング条件		皮膜			切削寿命 (m)
		バイアス 電圧(V)	真空度 mbar	金属層	I(200)/ I(111)	硬質層	
本 発 明 例	1	70	1 x 10 ⁻²	Ti 3nm	7.4	Ti _{0.5} Al _{0.4} Si _{0.1} N	7.45
	2	↑	↑	Ti 100nm	12.5	Ti _{0.5} Al _{0.4} Hf _{0.1} N	9.21
	3	↑	↑	Ti 750nm	15.6	Ti _{0.5} Al _{0.4} Nb _{0.1} N	8.59
	4	↑	↑	Ti _{0.9} Al _{0.1} 100nm	11.3	Ti _{0.5} Al _{0.4} Nd _{0.1} N	10.23
	5	↑	↑	Ti _{0.8} Al _{0.1} Cr _{0.1} 50nm	3.2 7.4	Ti _{0.8} Al _{0.1} Cr _{0.1} N Ti _{0.5} Al _{0.4} Cr _{0.1} N の交互 30 層	9.45
	6	↑	↑	Ti _{0.8} Al _{0.1} Y _{0.1} 100nm	1.7 9.1	Ti _{0.8} Al _{0.1} Y _{0.1} N Ti _{0.5} Al _{0.4} Y _{0.1} N の交互 50 層	8.78
	7	↑	↑	Ti _{0.5} Al _{0.5} 100nm	6.7	Ti _{0.5} Al _{0.4} Si _{0.1} N	10.42
	8	↑	↑	Ti _{0.5} Al _{0.5}	22.3	Ti _{0.3} Al _{0.6} Si _{0.1} N	10.22
比 較 例	9	300	↑	Free	0.56	Ti _{0.5} Al _{0.5} N	0.66
	10	↑	↑	Free	0.31	Ti _{0.7} Al _{0.3} N Ti _{0.5} Al _{0.5} N の交互 15 層	0.78
	11	↑	↑	TiN 0.1μ	0.22	Ti _{0.5} Al _{0.5} N	1.21
	12	↑	↑	TiN 1.0μ	0.37	↑	1.87

[0015] In the example of this invention in which a metal layer or an alloy metal layer is made to intervene, and the coat is carrying out orientation to (200), a covering insertion realizes cutting where the adhesion of the coat was stabilized [in / it is good and / milling of steel of about 42-HRC high hardness] extremely so that more clearly than Table 2. Although it bites and was easy to produce exfoliation and chipping by the shock at the time in fraise cutting, few good results were obtained in the example of this invention.

Unlike the end mill or the drill, by the slow away insertion, it is in the tendency for the cutting edge temperature accompanying cutting load to become high, and the oxidation-resistant high element became long lasting.

[0016]Coating shown in drills steel [high-speed] on the coating conditions shown in Table 3 at the examples 25-29 of this invention and the comparative examples 30-32 was performed, and it examined by the cutting specifications shown below. Also in this example, the thickness of the hard layer could be 3.0 micro.

Drill phi6mm 2 sheet edge work material SCN440 cutting speed 40 m/min delivery 0.13 mm/rev hole depth 15-mm cutting method Wet type (Wet)

The length of cut to a life who exfoliation occurs in a coat and results in breakage in Table 3 is written together.

[0017]

[Table 3]

試料 番号		コーティング層			折損に至る 穴明け数
		金属層	硬質層	I(200)/I(111)	(ケ)
本 発 明 例	1	Ti _{0.9} Al _{0.1} 5nm	Ti _{0.5} Al _{0.4} Y _{0.1} N	7.5	445
	2	Ti _{0.9} Al _{0.1} 50nm	Ti _{0.5} Al _{0.4} Si _{0.1} N	8.3	468
	3	Ti _{0.9} Al _{0.1} 800nm	Ti _{0.5} Al _{0.4} Nb _{0.1} N	7.5	415
	4	Ti _{0.8} Al _{0.1} Nd _{0.1} 400nm	Ti _{0.8} Al _{0.1} Nd _{0.1} N Ti _{0.5} Al _{0.4} Nd _{0.1} N の交互 15 層	2.3 10.9	521
	5	Ti 50nm	Ti _{0.4} Al _{0.4} Nb _{0.2} N	8.5	543
比 較 例	6	Free	Ti _{0.5} Al _{0.5} N	0.56	85
	7	Free	Ti _{0.5} Al _{0.5} N	0.24	88
	8	TiN 1.0u	Ti _{0.5} Al _{0.5} N	0.67	57

[0018]In the tool which includes continuous cutting like a drill, make the metal layer or the alloy metal layer intervene, stuck, and it had abrasion

resistance, and what added the element which is excellent in oxidation resistance was more effective so that more clearly than Table 3. It is clear that improvement in much more life is accepted.

[0019]next, since [synergistic effect-like / oxidation resistance] it was not able to express, the coat which includes the addition effect of the various third components for the third component was coated with cutting like the previous example, and it was made to oxidize in 900 ** and the atmosphere by it for 1 hour The thickness of the oxidizing zone then formed was measured by section observation. The result is shown in Table 4.

[0020]

[Table 4]

	皮 膜	酸化層厚さ (ミクロン)
本 発 明 例	Ti _{0.5} Al _{0.4} Si _{0.1} N	1.2
	Ti _{0.3} Al _{0.4} Si _{0.3} N	0.7
	Ti _{0.5} Al _{0.4} Zr _{0.1} N	1.5
	Ti _{0.3} Al _{0.4} Zr _{0.3} N	1.0
	Ti _{0.5} Al _{0.4} Hf _{0.1} N	1.3
	Ti _{0.5} Al _{0.4} Y _{0.1} N	0.9
	Ti _{0.3} Al _{0.4} Y _{0.3} N	0.6
	Ti _{0.5} Al _{0.45} Nb _{0.05} N	1.5
	Ti _{0.5} Al _{0.4} Nb _{0.1} N	1.0
	Ti _{0.3} Al _{0.4} Nd _{0.3} N	0.7
比 較 例	Ti _{0.5} Al _{0.5} N	3.2
	Ti _{0.4} Al _{0.6} N	2.7
	Ti N	5
	Ti CN	5

[0021]Oxidation resistance was expressed with the thickness which oxidizes from the surface as the rule of thumb. If oxidation advances to the inside of membranous, cubical expansion arises by oxidation, and a film separates or will be away held by cutting. Therefore, if oxidation is stopped only near the surface, the surface will serve as an oxide, but since the precise film is maintained, an inside has function sufficient as a tool. In particular, the effect was remarkable at Y, Si, and Nb.

[0022]

[Effect of the Invention]By reducing the stress which provides metal or an

alloy metal layer between base-coats, and remains the adhesion of a coat to a coat, as it explained [above-mentioned], Adhesion sufficient [at the time] also for a shock which acts with fraise cutting, an end mill, a drill, etc. and which bites can be maintained, The original abrasion resistance of the coat could be demonstrated, and by controlling I (200)/I (111) ratio for a stacking tendency or more to one, and adding the third component to it, the coat was able to be used as the coat excellent in oxidation resistance while it demonstrated the abrasion resistance which bore and rubbed against the shock and was excellent in wear.

[Translation done.]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-131215

(43) 公開日 平成11年(1999) 5月18日

(51) Int.Cl.⁶

識別記号

F I

C 2 3 C 14/06

C 2 3 C 14/06

N

B 2 3 B 27/14

B 2 3 B 27/14

A

審査請求 未請求 請求項の数 3 F D (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願平9-312816

(22) 出願日 平成 9 年(1997)10月29日

(71) 出願人 000233066

日立ツール株式会社

東京都江東区東陽 4 丁目 1 番13号

(71) 出願人 590000031

バルツェルス アクチェンゲゼルシャフト

リヒテンシュタイン国, エフエル 9496

バルツェルス (番地なし)

(72) 発明者 ハンス プレンドル

リヒテンシュタイン国, エフエル 9496,

バルツェルス バルツェルス アクチェ
ンゲゼルシャフト内

(74) 代理人 弁理士 櫛淵 昌之 (外 1 名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 被覆硬質工具

(57) 【要約】

【課題】 T i A l 系化合物を被覆した工具において、残留する高い圧縮応力に起因する皮膜の密着性に問題があり、その皮膜の圧縮応力を制御することにより一層皮膜の密着性は向上させることを目的とする。

【解決手段】 T i A l 系化合物を被覆した工具において、該 T i A l 及び第三成分の化合物皮膜の X 線回折における (2 0 0) 面の回折強度を I (2 0 0)、(1 1 1) 面の回折強度を I (1 1 1) とした場合に I (2 0 0) / I (1 1 1) の比が 1 以上であり、第三成分は S i、Z r、H f、Y、N b、N d、C r の 1 種もしくは 2 種以上であり、かつ基体硬質合金と該 T i A l 及び第三成分の化合物皮膜の間に 2 n m から 1 0 0 0 n m の厚さを有する T i もしくは T i A l と第三成分よりなる金属合金層を介在させることにより構成する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 Ti/Al の原子比率が $95/5$ から $25/75$ の Ti と Al 及び第三成分からなる窒化物、炭窒化物、炭窒酸化物、窒硼化物、炭窒硼化物の単層もしくは二種以上を多層に被覆した被覆硬質工具において、該 $TiAl$ 及び第三成分の化合物皮膜の X 線回折における (200) 面の回折強度を $I(200)$ 、 (111) 面の回折強度を $I(111)$ とした場合に $I(200)/I(111)$ の比が 1 以上であり、第三成分は Si 、 Zr 、 Hf 、 Y 、 Nb 、 Nd 、 Cr の 1 種もしくは 2 種以上であり、かつ基体硬質合金と該 $TiAl$ 及び第三成分の化合物皮膜の間に $2nm$ から $1000nm$ の厚さを有する Ti 、 $TiAl$ 若しくは $TiAl$ と第三成分よりなる金属合金層を介在させたことを特徴とする被覆硬質工具。

【請求項2】 請求項1記載の被覆硬質工具において、基体が超硬合金製インサートであることを特徴とする被覆硬質工具。

【請求項3】 請求項1記載の被覆硬質工具において、基体が高速度鋼製のエンドミルまたはドリルであることを特徴とする被覆硬質工具。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本願発明は、皮膜の密着性に優れ、その結果優れた耐摩耗性を有する被覆硬質合金に関する。

【0002】

【従来の技術】従来、 TiN 、 $TiCN$ 等の皮膜が汎用的、かつ、一般的であったが、近年、 Ti に Al を含有させ、耐摩耗性・耐酸化性を向上させる研究がなされ、特開平8-267306号公報には、 Al の添加効果を認める事例も種々存在する。しかしながら、これらの事例は皮膜に Al を添加することにより、皮膜の耐酸化性、耐摩耗性といった皮膜そのものの改善が行われたにすぎない。また、 $TiAlN$ 皮膜の密着性を改善する方法として、同号公報にみられるように、 TiN 皮膜を下地に用いることも提案されているが、十分な密着性を得るには至っていないのが現状である。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】最近では、切削を高効率化する傾向が強く、切削速度ならびに切削送りは増加する傾向にある。このような場合工具寿命を支配する因子としては、皮膜の耐摩耗性、耐酸化性よりも皮膜の密着性が極めて重要なものとなる。前記 Al を添加した皮膜は一般に残留圧縮応力が高く、その結果皮膜の密着性が十分満足されるものでなく、この様な高効率な切削加工においては、しばしば皮膜が剥離し工具の寿命、信頼性を損なう結果となっている。さらに高速切削においてはさらに皮膜の耐酸化性を向上せしめる必要があるがいまだ十分な効果は認められていない。従って、この様な

高効率切削においても、長寿命でかつ安定した切削を実現するためには、皮膜の密着性をさらに高める必要がある。一方、密着性を向上させるために、密着性を劣化させる根本原因である皮膜の残留圧縮応力そのものを低減させる研究もなされてはいるが、いまだ十分な効果をみるに至っていないのが現状である。

【0004】

【課題を解決するための手段】本発明者らは皮膜の密着性を改善すべく鋭意研究を重ねた結果、耐酸化性の向上に対して第三成分を添加した $TiAl$ を含有する高い圧縮応力を有する硬質皮膜の下に軟らかい金属の皮膜を介在させることにより、 Al を含有する硬質皮膜の高い圧縮応力は吸収緩和され、結果硬質皮膜の密着性を著しく改善できる知見を得るに至った。

【0005】皮膜に高い圧縮応力が存在する場合には、皮膜と基体硬質合金の界面にこの圧縮応力に起因する高い剪断応力が作用し、この剪断応力が皮膜の密着性を損なう要因であり、これを緩和、もしくは除去することが皮膜の密着性を向上させる結果となることを示唆するものである。つまり、高い圧縮応力を有する皮膜と基体硬質合金の間に比較的軟らかい層を介在させることにより、この比較的軟らかい皮膜が高い圧縮応力に起因して界面に発生する剪断応力を吸収、緩和したものと考えられる。また、前述したように、 Ti の窒化物等を介在させる事例もあるが、 Ti の金属層を用いた場合より応力の緩和に対して効果的である。金属層は吸収エネルギーが高くまたヤング率が低いいため転位が移動し易く皮膜の応力緩和に対しより効果的を発揮するものと考えられる。一方、 Al を含有させた Ti の窒化物等を用いた方が密着性の向上に対してはより優れた効果を発揮することが認められる。これは、基体硬質合金の表面に空气中に置いておいたときに必ず形成される僅かな酸化層が存在すると皮膜の密着性は著しく劣化するが、下地として形成される皮膜中に Al が少量存在することによりコーティング開始時に、この酸化層を還元するテルミット反応が起き酸化層を除去し皮膜の密着性を著しく改善する結果をもたらす。これは Al の酸化物は生成自由エネルギーが低く極めて形成されやすいため基体表面の酸化層の酸素と Al のイオンが反応して皮膜内に酸化物を形成し、基体表面の酸化層を除去する原理に基づくものである。

【0006】皮膜そのものの残留圧縮応力はコーティング条件に強く依存する。一般にイオンのエネルギーが低い条件下のコーティングにおいては、皮膜の残留圧縮応力は低い結果となり、反対にイオンのエネルギーが高い条件下のコーティングにおいては、皮膜の残留圧縮応力は高くなる。イオンのエネルギーを決定するのは主に基体に付与するバイアス電圧と真空度である。本発明者らの研究によれば皮膜は残留応力が低い場合にはX線回折において皮膜は (200) に配向する傾向にある。ま

た、TiとAlの比がことなるTiAlの化合物を多層にすることにより、残留圧縮応力はさらに10%から30%低いものとなる。以上の結果、切削の高能率化に対し一刃あたりの送り量が比較的大きく、切削応力の高い超合金製インサートの重断続切削において、また同様に高速度鋼製エンドミル切削、ドリル切削において、皮膜の剥離は抑制され、安定した切削加工の実現が可能となった。

【0007】耐酸化性の改善に対し種々の第三成分の添加を試みた結果Si、Hf、Y、Zr、Cr、Nb、Ndにおいてこれら第三成分はTiAlNの皮膜の結晶粒界に偏析し粒界での酸素の拡散を抑制することが明らかになり、皮膜の耐酸化性が著しく向上する結果となった。

【0008】次に数値を限定した理由を述べる。硬質層においては、Alの含有率は5%を下まわると、Alの添加効果が認められず皮膜の耐摩耗性並びに耐酸化性は向上せず、75%を越えて含有させるとAlNとしての特性に近ずき硬さが低下し皮膜の耐摩耗性を損なう結果となるため、Ti/Al比は95/5から25/75とした。I(200)/I(111)の比は1以下の場合

の高い超合金製インサートでの切削あるいは、高速度鋼製エンドミルでの切削においては、皮膜の剥離を誘発する場合があります。また、この介在させる金属層の厚さは2nm以下であると応力緩和つまり皮膜の密着性の改善に効果がなく、1000nmを越えると金属層内ですべりが発生し皮膜が容易に剥離する結果となるため、2nmから1000nmとした。

【0009】

【実施例】以下、実施例に基づいて本発明を説明する。高速度鋼製エンドミルを用いて、小型アーキオンプレーティング装置を用い表1に示す条件において、本発明例のコーティングは3元素系の金属ターゲット（金属元素はTi、Alに加え、Si、Hf、Y、Nb、Nd、Zrの元素を添加して製作したターゲットを用いた。）を使用して本発明例1～8を製作した。比較例9～12はTi又はTiAlのターゲットを用いてコーティングを行い被覆高速度鋼製エンドミルを製作した。また、合金金属層のコーティングにおいては、窒素ガスの導入を止めて行った。

【0010】

【表1】

試料 番号		コーティング条件 バイアス 真空度 電圧(V) mbar		皮膜 第 1 層 金属層	皮膜 第 2 層 硬質層	I(200) / I(111)	折損時の 切削長 (m)
本 発 明 例	1	70	1×10^{-2}	Ti 3nm	$\text{Ti}_{0.5}\text{Al}_{0.4}\text{Si}_{0.1}\text{N}$	4.6	55.6
	2	↑	↑	Ti 100nm	$\text{Ti}_{0.5}\text{Al}_{0.4}\text{Hf}_{0.1}\text{N}$	5.8	65.6
	3	↑	↑	Ti 850nm	$\text{Ti}_{0.5}\text{Al}_{0.4}\text{Y}_{0.1}\text{N}$	8.9	55.9
	4	↑	↑	$\text{Ti}_{0.5}\text{Al}_{0.4}\text{Nb}_{0.1}$ 100nm	$\text{Ti}_{0.5}\text{Al}_{0.4}\text{Nb}_{0.1}\text{N}$	11.5	59.8
	5	↑	↑	$\text{Ti}_{0.5}\text{Al}_{0.4}\text{Nd}_{0.1}$ 100nm	$\text{Ti}_{0.5}\text{Al}_{0.1}\text{Nd}_{0.1}\text{N}$ $\text{Ti}_{0.5}\text{Al}_{0.4}\text{Nd}_{0.1}\text{N}$ の交互 15 層	2.4 13.2	60.3
	6	↑	↑	$\text{Ti}_{0.7}\text{Al}_{0.2}\text{Zr}_{0.1}$ 100nm	$\text{Ti}_{0.7}\text{Al}_{0.2}\text{Zr}_{0.1}\text{N}$ $\text{Ti}_{0.5}\text{Al}_{0.4}\text{Zr}_{0.1}\text{N}$ の交互 30 層	3.8 12.2	62.5
	7	↑	↑	$\text{Ti}_{0.7}\text{Al}_{0.1}\text{Nb}_{0.2}$ 500nm	$\text{Ti}_{0.7}\text{Al}_{0.1}\text{Nb}_{0.2}\text{N}$	7.3	62.8
	8	↑	↑	$\text{Ti}_{0.4}\text{Al}_{0.4}\text{Nb}_{0.2}\text{N}$ 100nm	$\text{Ti}_{0.4}\text{Al}_{0.4}\text{Nb}_{0.2}\text{N}$	8.1	58.2
比 較 例	9	300	↑	free	$\text{Ti}_{0.5}\text{Al}_{0.5}\text{N}$	0.9	18.8
	10	↑	↑	free	$\text{Ti}_{0.5}\text{Al}_{0.5}\text{N}$	0.2	5.5
	11	↑	↑	TiN 0.1μ	↑	0.5	4.4
	12	↑	↑	TiN 1.0μ	$\text{Ti}_{0.5}\text{Al}_{0.5}\text{N}$	0.7	15.3

【0011】得られたエンドミルで次の切削条件にて切削テストを行い、折損するまで切削を行った。折損が発生した時点の切削長も表 1 に併記する。

エンドミル φ 16mm 4 枚刃
被削材 SUS304
切削速度 40m/min
送り 0.12mm/刃
切り込み 16mm x 4mm
切削油 なし

【0012】表 1 より明らかなように、本発明例 1～8 では、金属層又は合金金属層を介在させているため皮膜が良く密着しているためステンレス鋼の切削においても皮膜の剥離が少なく、長い距離切削でき、また皮膜を (200) に配向させているため耐摩耗性も十分で安定な切削が実現出来た。特にステンレス鋼を切削したときに生じる境界部での損傷は、第三元素を添加することにより耐酸化性を向上させしめたのでより低減させることが出来たものである。また、比較例では切削距離 4～1

0 m程度で折損しているが、いずれも剥離から小さなチップを生じ、次第に大きくなって折損に至ったものであった。

【0013】次に、表2に示すコーティング条件でJIS P40相当の超硬合金製インサートに本発明例13～20と比較例21～24のコーティングを行い、以下の切削条件にてフライス切削を行い、皮膜が剥離するまでの切削長を求めた。本試験では皮膜に剥離が発生すると超硬合金製インサートはすぐに欠損に至る。また、皮膜の厚さは3.0 μ mに統一した。表2に剥離発生(欠*10

* 損)に至るまでの切削長を併記した。

インサート JIS P40相当 SEE42

被削材 SKD61 HRC42

切削速度 160 m/min

送り 0.1 mm/刃

切り込み 2 mm

切削方式 乾式(Dry)

【0014】

【表2】

試料 番号		コーティング条件		皮膜			切削寿命 (m)
		バイアス 電圧(V)	真空度 mbar	金属層	I(200)/ I(111)	硬質層	
本 発 明 例	1	70	1 x 10 ⁻²	Ti 3nm	7.4	Ti _{0.5} Al _{0.4} Si _{0.1} N	7.45
	2	↑	↑	Ti 100nm	12.5	Ti _{0.5} Al _{0.4} Hf _{0.1} N	9.21
	3	↑	↑	Ti750nm	15.6	Ti _{0.5} Al _{0.4} Nb _{0.1} N	8.59
	4	↑	↑	Ti _{0.9} Al 0.1 100nm	11.3	Ti _{0.5} Al _{0.4} Nd _{0.1} N	10.23
	5	↑	↑	Ti _{0.8} Al _{0.1} Cr _{0.1} 50nm	3.2 7.4	Ti _{0.8} Al _{0.1} Cr 0.1N Ti _{0.5} Al _{0.4} Cr 0.1N の交互 30 層	9.45
	6	↑	↑	Ti _{0.8} Al 0.1 Y _{0.1} 100nm	1.7 9.1	Ti _{0.8} Al _{0.1} Y 0.1N Ti _{0.5} Al _{0.4} Y _{0.1} N の交互 50 層	8.78
	7	↑	↑	Ti _{0.5} Al 0.5 100nm	6.7	Ti _{0.5} Al _{0.4} Si _{0.1} N	10.42
	8	↑	↑	Ti _{0.5} Al _{0.5}	22.3	Ti _{0.3} Al _{0.6} Si _{0.1} N	10.22
比 較 例	9	300	↑	Free	0.56	Ti _{0.5} Al _{0.5} N	0.66
	10	↑	↑	Free	0.31	Ti _{0.7} Al _{0.3} N Ti 0.5Al 0.5N の交互 15 層	0.78
	11	↑	↑	TiN 0.1 μ	0.22	Ti _{0.5} Al _{0.5} N	1.21
	12	↑	↑	TiN 1.0 μ	0.37	↑	1.87

【0015】表2より明らかなように、金属層又は合金金属層を介在させ、かつ、皮膜が(200)に配向している本発明例では、被覆インサートは皮膜の密着性が良

好でHRC42程度の高硬度の鋼のフライス加工においても極めて安定した切削を実現するものである。また、フライス切削では食い付き時の衝撃により剥離やチップ

ングが生じやすいが、本発明例では少なく良好な結果が得られた。また、エンドミルやドリルと異なりスローアウェイインサートでは切削負荷に伴う切刃温度が高くなる傾向にあり、耐酸化性の高い元素が長寿命となった。

【0016】更に、表3に示すコーティング条件にて高速度鋼製ドリルに本発明例25～29、並びに比較例30～32に示すコーティングを行い、以下に示す切削諸元で試験を行った。本実施例においても硬質層の膜厚は 3.0μ とした。

ドリル $\Phi 6\text{mm}$ 2枚刃

*10

*被削材 SCM440
切削速度 $40\text{m}/\text{min}$
送り $0.13\text{mm}/\text{rev}$
穴深さ 15mm
切削方式 湿式 (Wet)

表3に、皮膜に剥離が発生し折損に至る寿命までの切削長を併記する。

【0017】

【表3】

試料 番号		コーティング層			折損に至る 穴明け数
		金属層	硬質層	I(200)/I(111)	(ケ)
本 発 明 例	1	$\text{Ti}_{0.9}\text{Al}_{0.1}$ 5nm	$\text{Ti}_{0.5}\text{Al}_{0.4}\text{Y}_{0.1}\text{N}$	7.5	445
	2	$\text{Ti}_{0.9}\text{Al}_{0.1}$ 50nm	$\text{Ti}_{0.5}\text{Al}_{0.4}\text{Si}_{0.1}\text{N}$	8.3	468
	3	$\text{Ti}_{0.9}\text{Al}_{0.1}$ 800nm	$\text{Ti}_{0.5}\text{Al}_{0.4}\text{Nb}_{0.1}\text{N}$	7.5	415
	4	$\text{Ti}_{0.8}\text{Al}_{0.1}\text{Nd}_{0.1}$ 400nm	$\text{Ti}_{0.8}\text{Al}_{0.1}\text{Nd}_{0.1}\text{N}$ $\text{Ti}_{0.5}\text{Al}_{0.4}\text{Nd}_{0.1}\text{N}$ の交互15層	2.3 10.9	521
	5	Ti 50nm	$\text{Ti}_{0.4}\text{Al}_{0.4}\text{Nb}_{0.2}\text{N}$	8.5	543
比 較 例	6	Free	$\text{Ti}_{0.5}\text{Al}_{0.5}\text{N}$	0.56	85
	7	Free	$\text{Ti}_{0.5}\text{Al}_{0.5}\text{N}$	0.24	88
	8	TiN 1.0 μ	$\text{Ti}_{0.5}\text{Al}_{0.5}\text{N}$	0.67	57

【0018】表3より明らかなように、ドリルのように連続的な切削を含む工具では、金属層又は合金金属層を介在させて良く密着し、耐摩耗性を有すると共に耐酸化性に優れる元素を添加したものがより有効であった。い

っその寿命の向上が認められることが明らかである。

【0019】次に、切削では耐酸化性が相乗効果的にし

か表せないため、各種第三成分の添加効果を、第三成分

を含む皮膜を先の実施例同様にコーティングし、 900°C 、大気中で1時間酸化させた。その時に形成した酸化層の厚さを断面観察にて測定した。その結果を表4に示す。

【0020】

【表4】

	皮 膜	酸化層厚さ (ミクロン)
本 発 明 例	$\text{Ti}_{0.5}\text{Al}_{0.4}\text{Si}_{0.1}\text{N}$	1.2
	$\text{Ti}_{0.3}\text{Al}_{0.4}\text{Si}_{0.3}\text{N}$	0.7
	$\text{Ti}_{0.5}\text{Al}_{0.4}\text{Zr}_{0.1}\text{N}$	1.5
	$\text{Ti}_{0.3}\text{Al}_{0.4}\text{Zr}_{0.3}\text{N}$	1.0
	$\text{Ti}_{0.5}\text{Al}_{0.4}\text{Hf}_{0.1}\text{N}$	1.3
	$\text{Ti}_{0.5}\text{Al}_{0.4}\text{Y}_{0.1}\text{N}$	0.9
	$\text{Ti}_{0.3}\text{Al}_{0.4}\text{Y}_{0.3}\text{N}$	0.6
	$\text{Ti}_{0.5}\text{Al}_{0.45}\text{Nb}_{0.05}\text{N}$	1.5
	$\text{Ti}_{0.5}\text{Al}_{0.4}\text{Nb}_{0.1}\text{N}$	1.0
	$\text{Ti}_{0.3}\text{Al}_{0.4}\text{Nd}_{0.3}\text{N}$	0.7
比 較 例	$\text{Ti}_{0.5}\text{Al}_{0.5}\text{N}$	3.2
	$\text{Ti}_{0.4}\text{Al}_{0.6}\text{N}$	2.7
	Ti N	5
	Ti CN	5

【0021】耐酸化性は、その目安として表面から酸化される厚さで現した。酸化が膜の内部まで進行すると酸化により体積膨張が生じ膜は剥がれるか、切削により持ち去られてしまう。そのため酸化を表面近傍のみに食い止められれば表面は酸化物となるが内部は緻密な膜が維持されているため、工具としては十分な機能を有するものとなる。特に、Y、Si、Nbでその効果が顕著であった。

【0022】

【発明の効果】上記説明したように、皮膜の密着性を基*30

* 体一皮膜間に金属又は合金金属層を設け、皮膜に残留する応力を低減することにより、フライス切削、エンドミル、ドリル等で作用する食い付き時の衝撃にも十分な密着性を保つことができ、皮膜本来の耐摩耗性を発揮することができ、また、その皮膜は配向性を $I(200)/I(111)$ 比を1以上に制御し、それに第三成分を添加することにより、衝撃に耐え、こすり摩耗に優れた耐摩耗性を発揮するとともに耐酸化性に優れた皮膜とすることができた。

フロントページの続き

(72)発明者 島 順彦

千葉県成田市新泉13番地の2 日立ツール
株式会社成田工場内